

p 8

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN(11)Publication number : **09-002812**(43)Date of publication of application : **07.01.1997**

(51)Int.Cl.

**C01B 33/14
B01J 13/00
G01N 33/00
// G01N 1/36**(21)Application number : **07-171644**(71)Applicant : **NIPPON CAMBRIDGE FILTER KK**(22)Date of filing : **15.06.1995**(72)Inventor : **TAKIZAWA SEIICHI
ASADA MIZUHO
SAKURAI YOSHIO****(54) SILICA AEROSOL FOR FILTER TEST****(57)Abstract:**

PURPOSE: To obtain a silica aerosol useful for filter tests having high safety without affecting characteristics of semiconductor products and sticking a compound such as sodium to an air filter by dispersing silica particles produced in the vapor phase in air.

CONSTITUTION: This silica aerosol for filter tests is obtained by dispersing anhydrous silica prepared by burning and thermally decomposing silicon tetrachloride in the vapor phase in air. The silica aerosol is prepared by directly dispersing the anhydrous silica particles produced in the vapor phase in air or dispersing the anhydrous silica particles produced in the vapor phase at 2-20wt.% concentration in pure water, spraying and drying the resultant dispersion of the silica particles in air.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-2812

(43) 公開日 平成9年(1997)1月7日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 1 B 33/14			C 0 1 B 33/14	
B 0 1 J 13/00			B 0 1 J 13/00	G
G 0 1 N 33/00			G 0 1 N 33/00	Z
// G 0 1 N 1/36			1/28	Z

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 7 頁)

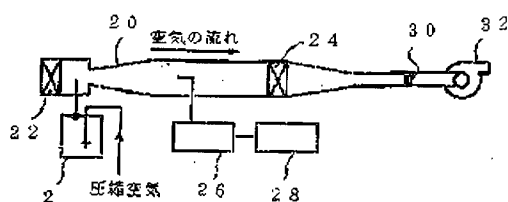
(21) 出願番号	特願平7-171644	(71) 出願人	391017274 日本ケンブリッジ・フィルター株式会社 東京都港区六本木6丁目3番18号
(22) 出願日	平成7年(1995)6月15日	(72) 発明者	瀬澤 浩一 神奈川県相模原市共和4-4-6-203
		(72) 発明者	浅田 瑞穂 神奈川県秦野市鶴巻南2-32-1
		(72) 発明者	後井 秀夫 神奈川県相模原市大野台4-25-2-101
		(74) 代理人	弁理士 山崎 行造 (外1名)

(54) 【発明の名称】 フィルタテスト用シリカエアロゾル

(57) 【要約】

【目的】 半導体製品等の諸特性に影響を与えることなく、また、ナトリウム等の化合物がエアフィルタへ付着することがなく、安全性の高いフィルタテスト用のシリカエアロゾルを提供すること。

【構成】 気相で生成したシリカ粒子を空气中に分散させてフィルタテスト用シリカエアロゾルとした。気相で生成した無水シリカ粒子を直接空气中に分散させるか、気相で生成したシリカ粒子を一旦水相に分散させてシリカ粒子分散液とし、該シリカ粒子分散液を噴霧、乾燥して空气中に分散させる。



(2)

特開平9-2812

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 気相で生成したシリカ粒子を空气中に分散させたことを特徴とするフィルタテスト用シリカエアロゾル。

【請求項2】 気相で生成したシリカ粒子を直接空气中に分散させたことを特徴とする請求項1記載のフィルタテスト用シリカエアロゾル。

【請求項3】 気相で生成したシリカ粒子を水相に分散させてシリカ粒子分散液とし、該シリカ粒子分散液を噴霧、乾燥して空气中に分散させたことを特徴とする請求項1記載のフィルタテスト用シリカエアロゾル。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、エアフィルタ単体でのスキャンテスト、捕集効率テスト及び、エアフィルタ設置後のリークテストに使用するシリカエアロゾルに関する。

【0002】

【従来の技術】一般に、エアフィルタのスキャンテスト、捕集効率テスト等を行なう際は、テスト用エアロゾルとして、DOP（フタル酸ジオクチル）、DOS（セバシン酸ジオクチル）、パラフィンオイル等の蒸気圧の低い液体を加圧噴霧し、或いは加熱蒸発し、これを冷却して凝縮させ粒子状として空气中に分散させ、テスト用エアロゾルとしたものを使用している。しかしながら、DOP、DOS、パラフィンオイル等から得たテスト用エアロゾルを使用する場合、全数テストした後のエアフィルタを半導体製造用のクリーンルームに設置する場合等、DOP、DOS、パラフィンオイル等の蒸気圧が低いにも関わらず、試験をしたエアフィルタに付着したテストエアロゾルから微量の蒸気が蒸発し、半導体製品の特性に影響を与えるという問題が生じる。また、DOPは、発癌性、臭気、刺激性があることも知られており、人体への有害性も問題となっている。

【0003】又、塩化ナトリウム等、水溶性の物質を水溶液とし、これを噴霧、乾燥させて得た塩化ナトリウム等の結晶粒子を空气中に分散させてテスト用エアロゾルとする方法も提案されている。しかしこの塩化ナトリウムの粒子は潮解し易いため、エアフィルタに付着した後、二次側に流出してくる可能性がある。すなわち、ナトリウムのようなアルカリ金属或いはアルカリ土類金属の一部は、ウエハの電気的特性を低下させる要因として挙げられる物質であり、半導体工程において制御すべき対象物である。したがって、ナトリウム等の化合物がクリーンエアを供給するエアフィルタに付着したり含有されることは避けるべきである。

【0004】これらの問題を解決する手段として、テスト用エアロゾルに大気塵を使用するスキャンテスト方法が行われているが、大気塵の粒子濃度が不安定であり再

2

現性がなく、さらに粒子濃度が低いために測定時間が長くなる等の問題点を有する。

【0005】1994年11月14日から16日に東京で行なわれた国際医薬品科学技術協会（International Association for Pharmaceutical Science and Technology）のアジア討論展示会の発表論文の原稿の「HEPAフィルタのためのDOPを使用しない試験法」（Otsuka Kazuhiko and Sumioka Masayuki, Nitta Corporation）は、テスト用エアロゾルとしてシリカゾルを噴霧し乾燥する方法を提案している。シリカゾルはいわゆるコロイダルシリカとして水相にシリカが安定に分散したものであるが、一般的にケイ酸ナトリウムを出発原料としイオン交換樹脂を使用して特定の比率の $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ のゾルとしているため、このゾルを噴霧し乾燥し得たシリカ粒子にはナトリウムの化合物が付着しており、エアフィルタに付着して二次側に流出してくるおそれがある。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、半導体製品の特性に影響を与えることがなく、また、ナトリウム等の化合物がエアフィルタへ付着することがなく、安全性の高いフィルタテスト用のシリカエアロゾルを提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記の問題を解決するため、気相で生成したシリカ粒子を空气中に分散させてフィルタテスト用シリカエアロゾルとした。

【0008】

【作用】本発明のフィルタテスト用シリカエアロゾルは、半導体製品に悪影響を及ぼす要因となる蒸気等の発生がなく、ナトリウム等の化合物も含んでいないので、これらの不純物がエアフィルタに付着することがない。

【0009】

【実施例】本発明のフィルタテスト用のシリカエアロゾルを発生させる実施例を以下に説明する。

【0010】実施例1

気相で生成したシリカ粒子を水相に分散させてシリカ粒子分散液とし、これを噴霧、乾燥して空气中に分散させ無水シリカのエアロゾルとする実施例を以下に説明する。

【0011】表1の成分を有する、日本アエロジル（株）社製のアエロジル200のシリカを純水中に分散させてシリカ粒子分散液を調整した。このアエロジル200のシリカは四塩化ケイ素を気相で燃焼加熱分解させて得た無水シリカであり、ケイ酸ナトリウムを出発原料としたものではないので、ナトリウム等の化合物を含んでいない。

【0012】

【表1】

(3)

特開平9-2812

3

4

表 1

アエロジル200の成分表

成 分	含有量
SiO ₂	>99.9%
Al ₂ O ₃	<0.01%
Fe ₂ O ₃	<0.001%
TiO ₂	<0.01%
HCl	<0.005%

【0013】このアエロジル200のシリカの他に、日本アエロジル（株）社製のアエロジル50、又は他の市販製品であっても表1の成分表に示したような内容を有する無水シリカであれば使用することができる。

【0014】シリカ粒子分散液の分散媒としては純水を使用した。水道水を使用してもよいが、一般的には蒸留水のような不純物を含まない水を使用するのが好ましい。

【0015】上記アエロジル200のシリカ粒子を室温において、蒸留水に、それぞれ2、4、6、8、及び12重量パーセントになるよう加えて攪拌しシリカ粒子の各分散液を調整した。アエロジル200の無水シリカ粒子は水に対して比較的に親和性が高く簡単な攪拌で水中に良く分散した。このシリカ粒子の分散液を図1の概略図に示すようなラスキンノズル型発生器（2）を用いてシリカエアロゾルを発生させた。

【0016】ラスキンノズル型発生器（2）は、密封装置（14）により蓋（12）が容器（3）の開口を閉じるようになっており、内部に別の装置からの圧縮空気が圧縮空気接続用カブラ（6）を通して導入され、圧力計（4）で表示される圧力の空気が、液面（18）まで充填したシリカ粒子分散液に吹き込まれる。吹き込まれた空気はシリカ粒子分散液を泡沫状にし、この泡沫は容器（3）中でエアロゾルとなって噴出口（16）から噴出する。泡沫飛散防止板（10）は比較的大きな泡沫が噴出口（16）に付着して噴出口（16）の口径を小さくしエアロゾルの噴出が妨害されることを防止する。なおラスキンノズル型発生器（2）の他に、ネブライザ、アトマイザ、超音波ネブライザ、二流体ノズル等のいずれ

の装置も使用することができる。

【0017】図2はシリカエアロゾル粒子濃度を測定する装置の概略図で、ラスキンノズル型発生器（2）、発生器（2）に接続されたダクト（20）、HEPAフィルタ（22）、HEPAフィルタ（24）、オリフィス（30）、空気吸引機（32）、希釈装置（26）、及びPMS社製パーティクルカウンターLAS-X-CRTであるパーティクルカウンター（28）から構成される。HEPAフィルタ（22、24）は装置内にシリカエアロゾル粒子以外の粒子の混入を防止するためのもので、希釈装置（26）はシリカ粒子の空気中での分散濃度をパーティクルカウンター（28）の測定範囲内に低下させるためのものである。

【0018】圧力2kg/cm²の圧縮空気をラスキンノズル型発生器（8）に加え、噴出口（16）からの噴霧シリカエアロゾルを、7m³/minの清浄空気が流れるダクト（6）内に導入した。ラスキンノズル型発生器（2）からのシリカエアロゾルは、エアロゾル噴出口（16）からダクト（20）に導入される間に、常温で自然に乾燥され、空気中でのシリカ粒子分散体としてダクト（20）内を空気吸引機（30）に向かって移動し、その一部は希釈装置（26）を経てパーティクルカウンター（28）に入り、粒子濃度が測定される。

【0019】シリカ分散液濃度がそれぞれ2、4、6、8、12wt%である各シリカ分散液の測定したシリカエアロゾル粒子濃度を表2に示す。

【0020】

【表2】

(4)

特開平9-2812

5

6

表 2

無水シリカ分散液の濃度とエアロゾルの粒子濃度の関係

[測定粒子径: $\geq 0.1 \mu\text{m}$]

分散液濃度 (wt%)	2	4	6	8	12
発生粒子濃度 (個/ m^3)	4.63×10^9	8.02×10^9	1.19×10^{10}	7.21×10^9	6.25×10^9

【0021】次に濃度2wt%の無水シリカ分散液について、圧縮空気の圧力を 2 kg/cm^2 から表3で示す値に変化させて同様にエアロゾルの粒子を発生させたとき、エアロゾルの粒子濃度を示す。
【0022】
【表3】

表 3

圧縮空気の圧力とエアロゾルの粒子濃度の関係

[測定粒子径: $\geq 0.1 \mu\text{m}$]

発生圧力 (kg/cm^2)	0.51	1.02	1.53	2.04
発生粒子濃度 (個/ m^3)	3.17×10^9	1.09×10^9	2.01×10^9	2.78×10^9

【0023】圧縮空気の圧力の他に、ラスキンノズル型発生器(2)のノズルの数、又はノズルの形状を変えることにより、エアロゾルの粒子濃度を変化させることもできる。

【0024】表2及び表3から判るように、無水シリカを分散させたエアロゾルは、少なくとも 4.63×10^9 個/ m^3 の粒子濃度を示し、この程度の粒子濃度のシリカエアロゾルが得られるならば、大概のフィルタテストを行うことは可能である。

【0025】シリカ粒子分散液は、濃度が低すぎるとエアロゾルの発生量が少なくなり、高すぎても増粘してゲル状になり、エアロゾルの発生量が少なくなるため、純水に対する無水シリカの重量比は、2~20%程度にするのが好ましい。

【0026】無水シリカの各分散液中のナトリウム化合物の含有量を堀場製作所製コンパクトイオンメーターC-122で測定したところ、Naとして上記各濃度のシリカ分散液で0ppmであった。

【0027】このようにして調整したシリカエアロゾルを使用してフィルタテストとしてスキャンテストと捕集効率テストを実施した。

【0028】1. スキャンテスト

通常スキャンテストは、ラスキンノズル型発生器により発生させたDOP粒子を清浄空气中に分散させ、テストフィルタの上流側DOP粒子濃度を 3.53×10^{10} 以上に設定したテストエアロゾルを使用し、気流速度0.4m/秒、走査速度50mm/秒、走査ピッチ50mmという条件でフィルタ下流側に透過する粒子数を、ハイアックロイコ社製パーティクルカウンタROYCO5109により測定する。

【0029】ここでは、外形寸法高さ610mm幅610mm奥行き65mmで、 $10 \text{ m}^3/\text{min}$ の流量において0.1~0.2 μm の粒子の捕集効率が99.9998%のULPAフィルタに、0.01%程度の漏れを生じる穴を開けたものを用いて、DOP粒子とシリカエアロゾルによるスキャンテストを行った。各テストエアロゾルの上流濃度と下流濃度を表に示す。

【0030】この様に、フィルタ上流濃度にほぼ比例する下流濃度が得られ、上流濃度を適宜調整することにより、DOPを用いて行われてきた従来と同じ精度でスキャンテストが行えることが確認された。

【0031】

【表4】

(5)

特開平9-2812

7

8

表 4

	上流濃度 (個/m ³)	下流濃度 (個/m ³)
DOP粒子	3.53×10^9	3.07×10^9
シリカエアロゾル	1.41×10^9	1.20×10^9

【0032】2. 捕集効率テスト

ラスキンノズル型発生器により発生させたエアロゾルを清浄空气中に分散させ、14cm角のグラスファイバー濾材を挟んだ内径φ100mmのホルダー内に320cm/min 通風させた。その時の濾材の上流側と下流側の粒子濃度をLAS-X-CRTにより測定し、濾材の捕集効率を求めた。エアロゾルとして、DOP粒子、シリカエアロゾルを使用した。尚、シリカエアロゾルを発生させた際に、シリカエアロゾルが帯電し捕集効率が高く*

＊になってしまうため、放射性同位元素の²⁴¹Amを用いて帯電除去を施したテストも行った。これらのエアロゾル上流濃度及び濾材の捕集効率を表5に示す。

【0033】この様に、シリカエアロゾルの帯電を除去することにより、DOPを用いて行われた従来のフィルタ捕集効率テストもシリカエアロゾルで行えることが確認された。

【0034】

【表5】

表 5

粒径 μm	DOP粒子 上流濃度 捕集効率 (個/m ³) (%)	シリカエアロゾル 上流濃度 捕集効率 (個/m ³) (%)	帯電除去された シリカエアロゾル 上流濃度 捕集効率 (個/m ³) (%)
0.10~0.12	3.56×10^7 90.15	4.33×10^7 98.92	4.77×10^7 99.99
0.12~0.15	4.01×10^7 88.88	7.53×10^7 99.03	6.49×10^7 91.21
0.15~0.20	7.67×10^7 90.10	9.10×10^7 99.44	3.70×10^7 92.02
0.20~0.25	5.23×10^7 91.79	1.23×10^8 99.50	2.26×10^7 93.35
0.25~0.35	8.70×10^7 94.14	7.12×10^8 99.27	2.47×10^8 95.41
0.35~0.45	4.45×10^7 96.54	2.39×10^8 98.87	1.80×10^8 97.78
0.45~0.60	3.12×10^8 98.89	7.80×10^8 99.56	6.12×10^8 98.91

【0035】実施例2

無水シリカ粒子を直接空气中に分散させてシリカエアロゾルを調整する実施例を以下に説明する。

【0036】無水シリカ粒子を直接空气中に分散させる分散器(34)としては、東京ダイレック(株)社製の乾燥分散器パーラスエアロゾルジェネレーターRBG-1000を使用した。図3の概略図に示されるように、これは空気入口(46)、及び空気出口(48)、粉末装填口(33)、送給ピストン(36)、粉末溜め(40)、分散ヘッド(44)、ブラシ(42)から構成される。

【0037】日本アエロジル(株)社製アエロジル200を分散器(34)の粉末装填口(33)に装填し、送給ピストン(36)で粉末溜め(40)に送り、ブラシ

(42)をモータ(図示せず)で回転させて、アエロジル200を分散ヘッド(44)に送り、空気入口(46)から圧縮空気を送ってアエロジル200を空気出口(48)から空气中に噴出させる。パーラスエアロゾルジェネレーターRBG-1000の運転条件は、ピストン上昇速度100mm/h、ブラシ回転数1200rpm、空気圧力2.55kg/cm²であった。

【0038】アエロジル200を直接空气中に分散させたシリカエアロゾルを、図2のシリカエアロゾル粒子濃度測定装置において、7m³/minの清浄空気が流れるダクト(20)内に導入し、LAS-X-CRTにより粒子濃度を測定した。結果を表6に示す。

【0039】

【表6】

(6)

特開平9-2812

9

10

表 6

アエロジル200を直接空気中に分散させたエアロゾルの粒子濃度

[測定粒子径: $\geq 0.1 \mu\text{m}$]

発生粒子濃度 (個/ m^3)	5.86×10^9
------------------------------	--------------------

【0040】表6から判るように、無水シリカを直接空気中に分散させたエアロゾルは、少なくとも 5.86×10^9 個/ m^3 の粒子濃度を示し、フィルタテストを行なうエアロゾルの濃度として十分に使用することができる。

【0041】

【発明の効果】本発明のフィルタテスト方法は、無水シリカを粒子として発生させたものであるので、スキャンテスト、捕集効率テスト後のエアフィルタを半導体製造用クリーンルームに設置しても、クリーンルーム内に供給されるエアの中に半導体製品の特性に影響を及ぼす蒸気や、ウェハの電気的特性を劣化させるNa等を含有することがない。

【0042】また、無水シリカは、珪素を含む微粉状の物質であるが、ケイ肺を引き起こすことはないので人体への影響はなく、海外では食品添加物として認可されており、安全性も高い。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、無水シリカ粒子分散液から本発明のシリカエアロゾルを発生させるのに使用するラスキンノズル型発生器の概略図である。

【図2】図2は、本発明のシリカエアロゾルを発生させ*

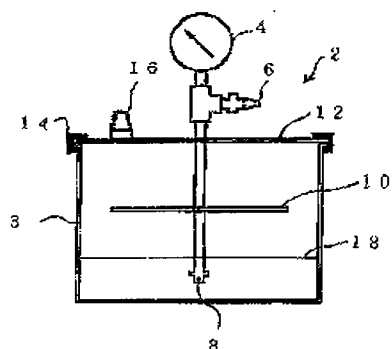
10* その粒子濃度を測定する装置の概略図である。

【図3】図3は無水シリカ粒子を直接空気中に分散させて本発明のシリカエアロゾルを調製する分散器パーラスエアロゾルジェネレーターRBG-1000の概略図である。

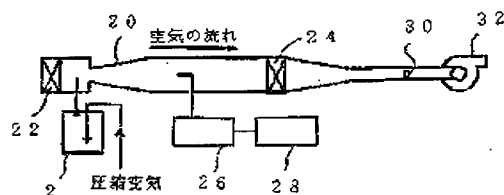
【符号の説明】

- 2 ラスキンノズル型発生器
- 3 容器
- 4 圧力計
- 6 圧縮空気接続用カプラ
- 8 ノズル
- 10 泡沫飛散防止板
- 12 蓋
- 14 密封装置
- 16 エアロゾル噴出口
- 20 ダクト
- 22 HEPAフィルタ
- 24 HEPAフィルタ
- 26 蓄釈装置
- 28 パーティクルカウンター
- 30 オリフィス
- 32 空気吸引機

【図1】



【図2】



(7)

特開平9-2812

【図3】

